

## BAB III

### METODOLOGI PENELITIAN

#### 3.1. Alat dan Bahan

##### 3.1.1. Alat

Penelitian ini menggunakan beberapa peralatan gelas, satu set reaktor untuk melangsungkan reaksi, pengaduk magnet, satu set *rotary evaporator*, spektrofotometer IR Shimadzu FTIR-8201PC buatan Jepang dengan daerah bilangan gelombang  $4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$  untuk menentukan struktur bahan awal dan produk hasil reaksi, plat KLT silika gel 60F<sub>254</sub> dan alat penentu titik leleh Fisher-John.

##### 3.1.2. Bahan

Bahan yang digunakan adalah L-valin p.a sebagai bahan awal, asam format p.a sebagai reagen pengasilasi, dan anhidrida asetat sebagai reagen pemerangkap air. Etanol absolut, etil asetat p.a, metanol p.a, dikloro metana p.a, dan aquades sebagai eluen KLT dan pelarut untuk rekristalisasi, dan pereaksi warna ninhidrin 0,2 % dalam aquades. Bahan-bahan tersebut diproduksi oleh E. Merck Jerman.

### 3.2. Cara Kerja

#### 3.2.1. Reaksi Formilasi Gugus Amino pada Valin

Sebanyak 1,1715 gram (0,01 mol) valin dilarutkan dalam 25 mL asam format 90 % (v/v) dan diaduk pada temperatur kamar selama 30 menit. Ke dalam campuran ini ditambahkan 8,3 mL (0,088 mol) anhidrida asetat setetes demi setetes melalui corong penambah dengan menjaga temperatur campuran reaksi antara 50 - 60 °C. Setelah itu campuran diaduk pada temperatur kamar selama satu jam. Pada akhir waktu pengadukan ke dalam campuran ditambahkan 8 mL air-es. Pelarut diuapkan dengan *rotary evaporator* vakum sampai diperoleh residu. Residu yang terkumpul direkristalisasi dengan etanol. Kristal murni yang diperoleh ditentukan titik lelehnya, dianalisis dengan KLT dan spektrofotometer IR. Spektra IR produk dibandingkan dengan spektra IR valin, demikian juga dengan titik lelehnya.

#### 3.2.2. Penentuan Waktu Optimum Reaksi Formilasi Gugus Amino pada Valin

Sebanyak 1,1715 gram (0,01 mol) valin dilarutkan dalam 25 mL asam format 90 % (v/v) dan diaduk pada temperatur kamar selama 30 menit. Ke dalam campuran ini ditambahkan 8,3 mL (0,088 mol) anhidrida asetat setetes demi setetes melalui corong penambah dengan menjaga temperatur campuran reaksi antara 50 - 60 °C. Setelah itu campuran diaduk pada temperatur kamar dengan variasi waktu 30, 60, 90, 120, 150, dan 180 menit. Pada akhir waktu pengadukan ke dalam campuran ditambahkan 8 mL air-es. Pelarut diuapkan dengan *rotary evaporator* vakum sampai

diperoleh residu. Residu yang terkumpul direkristalisasi dengan etanol kemudian kristal murni yang diperoleh ditentukan titik lelehnya.

